

HPLC 法测“派莎”防晒霜中三种化学吸收剂的含量

叶立红¹ 吴金花² 陈芳¹ 段德鉴¹ (1. 鄱阳医学院附属太和医院药学部 湖北十堰 442000; 2. 鄱阳医学院药检学院)

摘要 目的: 建立高效液相色谱法测定“派莎”防晒霜中三种化学吸收剂 Parsol 1789(丁基甲氧基二苯甲酰甲烷)、Parsol MCX(甲氧基肉桂酸辛酯)、Parsol 5000(3,4-甲基亚苄基-樟脑)的含量。方法: 色谱柱: Diamonsil C₁₈(200 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇: 四氢呋喃: 水: 高氯酸(60: 100: 80: 0.05); 流速: 1 ml·min⁻¹; 检测波长: 310, 357 nm; 柱温: 25 ℃。结果: 三种化学吸收剂分离度好, 不受基质干扰, Parsol 1789 在 0.0016~0.0201 mg·ml⁻¹, Parsol MCX 在 0.754 0~0.769 0 mg·ml⁻¹, Parsol 5000 在 0.179 0~0.188 9 mg·ml⁻¹ 范围内线性关系良好(*r* 值分别为 0.999 8, 0.999 7, 0.999 6), 平均回收率分别为 99.73%, 99.81%, 99.41%, *RSD* 分别为 1.68%, 0.17%, 0.22%。结论: 该测定方法操作简便, 快捷, 可靠性高, 重复性好, 可作为“派莎”防晒霜的质量控制方法。

关键词 “派莎”防晒霜; 化学吸收剂; 高效液相色谱法

中图分类号: R927.2 文献标识码: A 文章编号: 1008-049X(2010)07-0990-02

Determination of Three Chemical Absorption Agents in “Paisha” Sun-screening by HPLC

Ye Lihong¹, Wu Jinhua², Chen Fang¹, Duan Dejian¹ (1. Department of Pharmacy, Affiliated Taihe Hospital, Yunchang Medical College, Hubei Shiyang 442000, China; 2. School of Drug Testing, Yunchang Medical College)

ABSTRACT Objective: To establish a method for detecting three chemical absorption agents Parsol 1789, Parsol MCX and Parsol 5000 in “paisha” sun-screening by HPLC. **Method:** The Diamonsil C₁₈ (200 mm × 4.6 mm, 5 μm) column was used. The mobile phase was methanol-tetrahydrofuran-water-perchloric acid (60: 100: 80: 0.05), the flow rate was 1.0 ml·min⁻¹, the detective wavelength was 310 and 357 nm, and the column temperature was 25 ℃. **Result:** The calibration curves of Parsol 1789, Parsol MCX and Parsol 5000 were linear within the range of 0.0016-0.0201, 0.754 0-0.769 0 and 0.179 0-0.188 9 mg·ml⁻¹ with good linearity (*r* = 0.999 8, 0.999 7, 0.999 6), and the average recoveries were 99.73%, 99.81%, 99.41% (*RSD* = 1.68%, 0.17%, 0.22%), respectively. **Conclusion:** The method is convenient, accurate and reproducible, which can be used in quality control of “paisha” sun-screening.

KEY WORDS “Paisha” sun-screening; Chemical absorption agent; HPLC

“派莎”防晒霜处方采用 Parsol 1789(丁基甲氧基二苯甲酰甲烷)、Parsol MCX(甲氧基肉桂酸辛酯)、Parsol 5000(3,4-甲基亚苄基-樟脑)三种成分作为化学吸收剂, 以纳米二氧化钛作为物理防晒剂, 复配而成, 可获得稳定的 UVA/UVB 保护, 弥补了以传统二氧化钛为主的物理防晒剂对皮肤防护效果的局限性^[1]。为了有效的控制其质量, 本文建立 HPLC 法对“派莎”防晒霜中的三种化学吸收剂进行含量测定, 为质量标准的研究提供试验依据。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

戴安 UltiMate 3000 型高效液相色谱仪(包括四元梯度泵、自动进样器、柱温箱、紫外检测器), 变色龙(chromeleon)

软件数据处理系统; 岛津 AUW120D 分析天平(*d* = 0.1 mg/0.01 mg); UP5200H 超声波清洗器(熊猫集团南京电子计量有限公司); TU-1901 紫外-可见分光光度计(北京普析通用公司)。

1.2 试剂

对照品: Parsol 1789(批号 C1064800); Parsol MCX(批号 C1066312); Parsol 5000(批号 C1058159)由上海楚定分析仪器有限公司提供。

甲醇: 色谱纯; 四氢呋喃: 分析纯; 水: 纯化水; 高氯酸: 优级纯(70%)。混合溶液的配制: 将甲醇、四氢呋喃、水和高氯酸按 60: 100: 80: 0.05 的体积比混合后脱气, 作为溶剂和色谱流动相备用。“派莎”防晒霜样品为自制, 批号为:

通讯作者: 段德鉴 Tel: 13886823809 E-mail: duandejian2000@com.cn

明显。在只确认了绿原酸的情况下, 对于吴茱萸炮制品严格控制绿原酸的质量具有重要的意义。

参 考 文 献

- 1 江苏新医学院. 中药大辞典(上册)[M]. 上海: 上海人民出版社, 1977. 1119
- 2 刘军海, 裴爱泳. 绿原酸及其提取纯化和应用前景[J]. 粮食与油脂, 2003, 9: 44-46
- 3 康琛, 李曼玲, 殷文光. 吴茱萸药材中绿原酸的含量测定[J]. 中国中药杂志, 2008, 33(17): 2195-2196
- 4 张万明, 甄攀, 白雪梅, 等. RP-HPLC 测定吴茱萸中绿原酸的含量[J]. 中成

药, 2006, 28(1): 130

- 5 谭贤英, 曾卫阳, 黄剑荣. HPLC 法测定解毒清咽茶剂中绿原酸的含量[J]. 中国药师, 2006, 9(6): 542-543
- 6 林素梅, 农英高, 莫海玲, 等. 高效液相色谱法测定排石 1 号颗粒剂中绿原酸的含量[J]. 中国药师, 2008, 11(2): 207-208
- 7 中国药典[S]. 2005 版. 一部. 118-119, 附录 II D
- 8 江西省卫生厅药政局. 江西省中药炮制规范[S]. 1991. 256-257
- 9 河南省卫生厅药政局. 河南省中药炮制规范[S]. 2003. 189-190
- 10 黄芳华. 绿原酸及其中药注射剂的安全性问题状况分析[J]. 中国中药杂志, 2008, 33(22): 2716-2719

(2009-12-31 收稿 2010-04-29 修回)

090224、090318、090321。

2 方法与结果

2.1 色谱条件^[24]

色谱柱:Diamonsil™ C₁₈ (200 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-四氢呋喃-水-高氯酸(60:100:80:0.05); 柱温: 25℃; 流速: 1 ml·min⁻¹; 检测波长: 双波长 310 nm 和 357 nm。在此色谱条件下, 理论塔板数按 Parsol 1789 计算不低于 5 000, 分离度不低于 1.5。对照品与样品的色谱图见图 1。

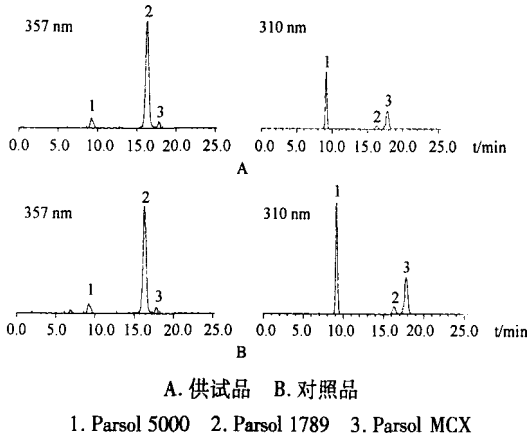


图 1 HPLC 色谱图

2.2 对照品溶液的制备

分别精密称取 Parsol 1789、Parsol MCX、Parsol 5000 对照品 30.8, 41.8, 63.5 mg 于 50 ml 量瓶中, 加流动相溶解并稀释至刻度, 摇匀, 制成每 1 ml 中含量为 0.616 0, 1.270 0, 0.836 0 mg 的对照品溶液, 作为贮备液。

2.3 供试品溶液的制备

精密称取防晒霜 0.039 2 g 于 50 ml 小烧杯中, 加入混合溶剂 25 ml, 将小烧杯固定在超声波清洗器中超声震荡 25 min 后基质完全溶解后, 将溶液转移至 100 ml 量瓶中, 用混合溶剂清洗小烧杯 3 次, 洗液合并入量瓶中, 用混合溶剂稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 静置后取上层溶液作为供试品溶液。

2.4 线性关系考察

分别精密量取 Parsol 1789, Parsol MCX, Parsol 5000 对照品贮备液 0.50, 1.00, 2.00, 4.00 和 8.00 ml 于 10 ml 量瓶中, 加混合溶剂定容并摇匀, 即得系列浓度的对照品溶液, 分别进样 10 μl, 按上述色谱条件测定峰面积。以对照品浓度 (mg·ml⁻¹) 为横坐标 (X), 峰面积积分值作为纵坐标 (Y), 得回归方程分别为: $Y = 119.75X + 1.38 \times 10^{-2}$ ($r = 0.999\ 8$, $n = 5$), $Y = 1.9284\ X + 0.0089$ ($r = 0.999\ 7$, $n = 5$), $Y = 6.2042X - 0.7720$ ($r = 0.999\ 6$, $n = 5$)。结果表明: Parsol 1789, Parsol MCX, Parsol 5000 分别在 0.001 6 ~ 0.020 1 mg·ml⁻¹, 0.754 0 ~ 0.769 0 mg·ml⁻¹, 0.179 0 ~ 0.188 9 mg·ml⁻¹ 范围内浓度与峰面积具有良好线性关系。

2.5 精密度试验

精密量取 3 种对照品贮备液各 10 μl, 按上述色谱条件, 连续进样 5 次, 依次测定各峰的峰面积值。计算得 RSD 分别为 1.71%, 1.28%, 1.35%。

2.6 稳定性试验

精密量取供试品分别于 0, 2, 4, 6, 8, 10 h 进样 10 μl, 测定各峰的峰面积值, RSD 分别为 1.21%, 1.36%, 1.04% ($n = 6$)。结果表明, 供试品溶液在 10 h 内基本稳定。

2.7 重复性试验

精密量取供试品溶液 10 μl, 分别进样 5 次, 测定三种化学吸收剂的含量。计算得 RSD 分别为 0.83%, 1.13%, 1.40% ($n = 5$), 重复性良好。

2.8 加样回收率试验

精密称取 5 份已知含量的“派莎”防晒霜 (批号: 090224) 约 0.04 g, 精密加入对照品贮备液 1 ml, 按“2.3”项下方法操作, 照上述色谱条件测定。结果 Parsol 1789 的平均回收率为 99.73% ($RSD = 1.67\%$); Parsol MCX 的平均回收率为 99.86% ($RSD = 0.56\%$) Parsol 5000 的平均回收率为 98.66% ($RSD = 1.43\%$)。

2.9 含量测定

取 3 批样品, 批号为 090224, 090318, 090321, 按“2.3”项下方法制备供试品溶液, 分别精密量取对照品溶液与供试品溶液各 10 μl, 注入高效液相色谱仪, 用外标法测定, 计算样品中 3 种化学吸收剂的含量, 结果见表 1。

表 1 样品测定结果

批号	Parsol1789 (mg·g ⁻¹)	ParsolMCX (mg·g ⁻¹)	Parsol 5000 (mg·g ⁻¹)
090224	14.62	19.59	30.01
090318	14.96	20.02	30.68
090321	14.54	20.78	29.33

3 讨论

3.1 检测波长的选择

在试验初期, 分别用 3 种对照品溶液在紫外-分光光度仪上进行光谱扫描, 结果 Parsol 1789 在 357 nm 附近有最大吸收, Parsol MCX 在 311 nm 有最大吸收, Parsol 5000 在 302 nm 有最大吸收。故采用两个波长检测, 选择波长 357 nm 处测定 Parsol 1789, 选择 310 nm 处测定 Parsol 5000 及 Parsol MCX, 取得满意的结果。

3.2 流动相的选择

采用高效液相色谱法对“派莎”防晒霜中的 3 种化学吸收剂进行含量测定时, 用甲醇-四氢呋喃-水-高氯酸 (60:100:80:0.05) 为流动相。因为四氢呋喃对目前的各种脂溶性紫外线吸收剂都有较好的溶解性, 但对水溶性紫外线吸收剂溶解效果不好; 而水是水溶性紫外线吸收剂的很好溶剂; 再用甲醇作为中间介质。用这种混合的溶剂进行试验, 在超声波的振荡下, 采用甲醇-四氢呋喃-水-高氯酸 (60:100:80:0.05) 这种比例, 紫外线吸收剂都可以很好的溶解, 回收率满意。

3.3 在试验过程中, 由于 Parsol 1789, Parsol MCX, Parsol 5000 均为常见的紫外吸收剂, 耐光性较差, 一般测定时样品处理过程中应避光操作, 样品应置于棕色瓶中。

参 考 文 献

1 陈冬英, 董军. 防晒剂 Parsol 1789 [J]. 北京日用化学工业, 2001, 4: 13-16
2 李立平, 郑卫, 姜正德. 防晒化妆品中紫外线吸收剂的高效液相色谱分析 [J]. 北京服装学院学报, 1996, 10(2): 29-32
3 徐卫, 杜小豪, 杜雪洁. 防晒化妆品中紫外线吸收剂含量的测定 [J]. 日用化学工业, 2000, 12(6): 39-43
4 葛宝坤, 周荣, 高建会, 等. 高效液相色谱法快速测定化妆品中的防晒剂曲酸 [J]. 中国卫生检验杂志, 2005, 15(12): 1462-1463

(2009-11-18 收稿 2010-04-07 修回)